

기계적 합금화에 의한 AC4A/SiC_P 복합재료의 제조 및 기계적 특성

이병훈* · 조형준 · 임영호 · 이준희

*대우중공업
동아대학교 금속공학과

Fabrication and mechanical properties of AC4A/SiC_P
composites by mechanical alloying

Byung-Hun Lee*, Hyung-Jun Cho, Young-Ho Lim, Jun-Hee Lee

*Daewoo Heavy Industries Ltd.

Dept. of Metallurgical Engineering, Dong-A Univ.

초 록 금냉용고법과 기계적 합금화를 병행하여 자동차 산업용 부품에 널리 사용되고 있는 AC4A 합금에 열적으로 안정한 SiC_P 세라믹 입자를 첨가하여 가공강화 및 미세구조화에 의한 분산강화 효과를 갖는 복합재료를 제조하고, 그에 따른 기계적 특성을 조사하여 다음과 같은 결과를 얻을 수 있었다. 420분간 기계적 합금화를 시켰을 때 10~20μm 정도의 미세하고 균일한 구형의 복합분말을 얻을 수 있었으며, 이 상태에서 정상상태를 의미하는 포화 경도값이 나타났다. 기계적 합금화에 따른 분말의 X-선 회절시험에서 기계적 합금화 시간에 따라 결정화 미세화와 불균일 변형에 의해 강도가 떨어지고, 회절폭이 넓어진다. 분말 압출재의 시효경화는 1000분 시효에서 최대 경도값을 나타낸다. 인장시험에 있어서 압출재는 주조재에 비해 2배 이상의 인장값을 얻을 수 있었으며, 500°C에서도 우수한 인장값을 얻을 수 있었다.

Abstract Utilizing Mechanical Alloy Process, that were obtained the results from investigated formation process of AC4A/SiC_P composite material powders and mechanical properties of their extrusion materials. The obtained results are as follow conclusions. AC4A-10wt.% SiC_P powders which were mechanically alloyed at 150rpm for 420min have been obtained finely and uniformly rounded powder particals that were reached the steady state which was saturated micro hardness about Hv 230 in the range size of 10~20μm. EDAX analysis tests have been resulted in a little amount of Fe contents increasing with MA times, the artifical aging of AC4A/SiC_P composite materials was obtained the hardness with solution treated at 525°C for 10hrs the maximum value of Hv 230 with aging at 170°C for 1000min. The Intensity and width of X-ray diffraction pattern were decreasing and widening because of grain boundary refinement and heterogeneous strain during mechanical alloying. Tensile tests at room temperature were carried out the maximum value of 37 Kgf/mm² with extruded materials, 27 Kgf/mm² with heat treated them at 500°C.

1. 서 론

최근 우주, 항공 및 자동차 산업 분야동에 서는 재료의 경량화와 고품위의 복합 재료를 저렴한 비용으로 제조하기 위해 대량 생산이 가능한 분말 압출법(P/M)¹⁾으로 우수한 비강

성, 비강도와 열적 안정성이 높을 뿐만 아니라 내식성도 우수한 금속 복합 재료(MMC)²⁾의 소재 개발 및 공정 개발에 대한 보다 체계적인 연구의 요구가 높아지고 있다. 이를 해결하기 위한 방안으로 밀도가 낮고 비교적 기계적 특성이 좋은 Al합금³⁾이 각광을 받고 있으

Table 1. Chemical composition of AC4A alloy(wt%).

Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ni	Ti	Al
0.08	8.15	0.38	0.03	0.39	0.35	0.0068	0.0088	Bal

며, 공정으로는 분말 야금법 중 금냉 용고법(RSP)과 기계적 합금화(MA)⁴⁾등이 개발되어 활발한 연구가 진행되고 있다.

기계적 합금화는 1970년 J. S Benjamin⁵⁾이 고에너지 볼밀을 이용하여 IN-853 Ni(Ni-Cr-Y₂O) 합금을 개발하는데 처음 사용하였으며 중간온도에서의 석출경화와 고온에서의 산화물 분산 효과를 동시에 얻었다.

기계적 합금화에 의한 효과는 크게 2가지의 분야로 나눌 수 있는데⁶⁾, 첫째로는 분산 강화 효과로서 첨가되는 산화물, 탄화물 및 세라믹 재료등을 기지내에 미세하고 균일하게 분산 시킬 수 있으며, 둘째는 용해 한도 확대와 비정질화로 이들 역시 미세조직의 제어에 대한 한 형식으로 실온 뿐만아니라 고온에서도 높은 강도를 나타내며 우수한 비강성, 내부식성등을 얻을 수 있다.

기계적 합금화는 합금을 구성하는 성분 원소 분말 또는 제2상 입자를 고에너지 볼밀용기 내에 장입하여, 볼과 볼의 충돌로 얻어진 큰 압축 응력으로 인하여 분말 입자들이 판상으로 연신 변형되며 이때 나타나는 깨끗한 표면들이 서로 접촉하여 냉각 압접(cold welding)되고, 입게 크기로 된 입자들은 심한 소성 변형으로 인한 강가공 경화로 연성을 잃고 파괴가 일어 난다. 이러한 압접과 파괴가 무수히 반복하는 동안 분산물이 기지내에 균일하고 미세하게 분산된 합금상을 얻는 고상반응 공정이다⁶⁾. 여기서, 얻어진 재료는 기존의 용제법(I/M)과 금냉 용고법으로 얻을 수 없는 고용접 성분 원소, 고용 한계, 비반응성금속 등과 같은 합금계에 응용 될 수 있다⁷⁾.

본 연구에서는 금냉용고법과 기계적 합금화를 병행하여 항공기 및 기계구조용 부품에 널리 사용되고 있는 AC4A 합금에 열적으로 안정하고 고경도인 SiC_p 세라믹 입자를 첨가하여 분말 입자의 가공 경화 효과 및 미세균일화에 의한 분산 강화 효과를 갖는 금속 복합재료를 제조하고 그에 따른 기계적 특성을 검토하고자 하였다.

2. 실험 방법

2.1 원료 분말 제조

본 실험에 사용할 AC4A 합금 분말을 제조하기 위해 금냉용고 장치인 gas-atomizer을 이용하여 용탕의 온도를 용융점보다 약 150°C super heating 시켜 5.5 MPa 압력의 고압 N₂가스를 분산시켜 분말을 제조하였다. Table 1은 분말 제조에 사용된 AC4A 합금의 화학조성을 나타낸다.

2.2 혼합 분말의 기계적 합금화

Table 2에 있는 분말들을 AC4A-10wt.% SiC_p 조성으로 V-Type Mixer에 넣어 40rpm의 회전 속도로 Ar 가스 분위기에서 60분간 혼합한 후 3L 용량의 고에너지 볼밀내에 밀링 매체인 직경 9.525mm의 베어링용 강구를 혼합 분말과의 중량비 50:1의 비율로 혼합된 분말을 장입하여 150rpm의 회전속도로 420분까지 기계적 합금화 하였다. 이때 용기내의 분위기는 기계적 합금화 중 분말의 산화를 방지하기 위하여 Ar 가스 분위기로 하였으며, 분말의 과잉 압접을 방지하고 효율적인 합금화를 위하여 공정 제어제인 메탄올(CH₃OH)을 3wt.% 첨가하여 기계적 합금화하였다.

Table 2. Partical size of AC4A and SiC_p powders.

Powder	Particle size(μm)
AC4C	35~150
SiC _p	25~30

2.3 기계적 합금화한 분말의 미세 형상 및 경도 측정

MA시간에 따른 합금화 과정을 알아보기 위하여 각 시간에 따른 분말의 형상과 크기를 주사 전자 현미경을 이용하여 관찰하였고, 특히 분말의 압접과 파괴의 과정을 관찰하기 위하여 묽은 Keller 시약(1.5ml HCl + 2.5ml HNO₃ + 1ML HF + 95ML H₂O)으로 부식시킨 후 미세 조직을 관찰하였다.

최적 조건인 정상 상태(steady state)를 검토하기 위해 합금화 시간에 따른 분말의 경도 변화를 관찰하고자 미소 비커스 경도기를 사용하여 하중 10gf에 15초로 하여 10회 반복 측정 하였으며, 그 산술 평균값을 각 분말 입자들의 경도값으로 하였다.

2.4 X-선 회절 및 EDAX 분석

MA 시간에 따른 합금화 및 기지내 SiC_P의 미세 분산 과정을 관찰하기 위하여 X-선 회절 분석을 하였으며, 합금화 시간에 따른 성분의 변화를 관찰하기 위해 EDAX 분석을 행하였다.

2.5 분말의 압축 성형 및 탈가스 처리

기계적 합금화한 분말들을 직경 34mm, 높이 110mm로 제작된 6061 Al 합금 캔에 장입하여 50 ton 용량의 프레스를 사용하여 540MPa 압력으로 냉간 압축하여 성형체를 얻었다.

탈가스처리는 가열로에서 350°C의 온도로 유지하면서 2시간 동안 진공탈가스 처리하여 수화물을 제거하였다. 이때 진공도는 5×10^{-3} torr로 일정하게 유지하였다.

2.6 압출재의 제조

압출은 150톤 용량의 압출기를 사용하여 진공 탈가스 처리가 완료된 압축 성형체를 압출 다이와 콘덴서를 550°C로 유지하면서 열간 압출을 하였다. 이때 압출속도는 10mm/sec로 일정하게 하였고 압출비는 25:1로 하여 직경 7mm의 압출봉을 제작하였다.

2.7 분말 및 압출재의 열처리

분말의 연화거동을 관찰하기 위해 200°C, 300°C, 400°C 및 500°C에서 1시간 동안 진공 열처리한 후 노냉 시켜 얹어진 분말을 미소 비커스 경도기로 측정 하였으며, 또한 압출재의 열적 안정성을 평가하기 위해 200°C, 300°C, 400°C, 및 500°C 온도에서 1시간 유지 후

칭시켜 얹어진 시편의 경도 변화로 부터 검토하였다. 이때 열처리된 압출재의 경도는 하중 1Kgf에 20초로 10회 반복 측정한 후 그 산출 평균값을 각 시편의 경도값으로 하였다.

압출재의 시효거동을 검토하기 위해 525°C에서 10시간 용체화처리를 행한 후 얼음물에 칭한 다음 170°C에서 2400분 까지 시효처리 하였다.

2.8 압출재의 인장 시험

압출재의 인장 시험편은 ASTM-E8에 기준하여 표점거리 16mm, 중심부 19mm의 서브 사이즈(subsize) 규격으로 제작하였다. 시편을 300°C, 500°C에서 1시간 열처리한 후 칭시켜 실온에서 인스트론을 사용하여 하중 1000kg, cross-head speed를 0.1mm/min로 하여 인장시험을 하였으며, 각 시편의 파단면을 SEM으로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 기계적 합금화에 따른 혼합분말의 형상 및 경도변화

Fig. 1은 AC4A-10wt% SiC_P의 조성의 혼합분말을 Ar 가스 분위기하에서 기계적 합금화 시간에 따른 분말입자의 형상의 변화를 나타낸 것으로 30분, 60분 경과후의 분말 형상은 (a), (b)에서와 같이 볼과 볼의 충돌로 인한 큰 압축 응력으로 분말이 압착되어 연신된 판상으로 변형되며, 이때 분말 표면에 산화되지 않은 청정면이 생성되고 계속해서 합금화가 진행됨에 따라 120분 경과 후에는 판상의 분말 입자들이 임의의 방향으로 적층을 이루면서 응집되어 분말 입자의 크기가 초기 입자들보다 더 조밀화됨을 볼 수 있다. 합금화가 더욱 진행됨에 따라 180분, 300분 경과 후에는 (d), (e)와 같이 조밀화된 분말들이 심한 소성 변형을 더 이상 겪디지 못하고 파괴되기 시작하는 단계로 파괴되어진 분말들이 등축 형상으로 변화되어져 가고 있음을 관찰 할 수 있으며, 420분이 경과된 분말은 (f)에 나타난 것처럼 거의 구상의 분말로서 첨가된 분말의 크기에 상관없이 1~10μm정도로 아주 미세한 구형의 분말 입자가 균일하게 형성되어 있는 것을 관찰할 수 있었다.

밀링시^{7, 8)}에는 밀링 매체인 강구의 충돌, 마찰, 전달, 압축 및 혼합된 힘이 작용하며, 그 중 기계적 합금화에 있어서 가장 중요한 것은 밀링 매체인 강구의 충돌에 의해 일어나는 충격력으로 합금화가 되어진다는 것이다. 밀링시 충돌·압축에 의해 분말 입자는 단조 변형을 받아 가공 경화를 일으켜 얇은 판상으로 되며, 이때 응축하기 쉬운 청정 표면도 형성되며, 그 신생면이 강구와 강구 사이의 높은 압축 응력인 충격력에 의해서 냉간 압축되면서 전단 및 마찰 작용에 의해 마모, 파쇄

된 입자가 생성되는 Kneading^{9,10)}효과의 무수한 반복에 의해서 미세하게 분쇄 및 혼합되어

진다.

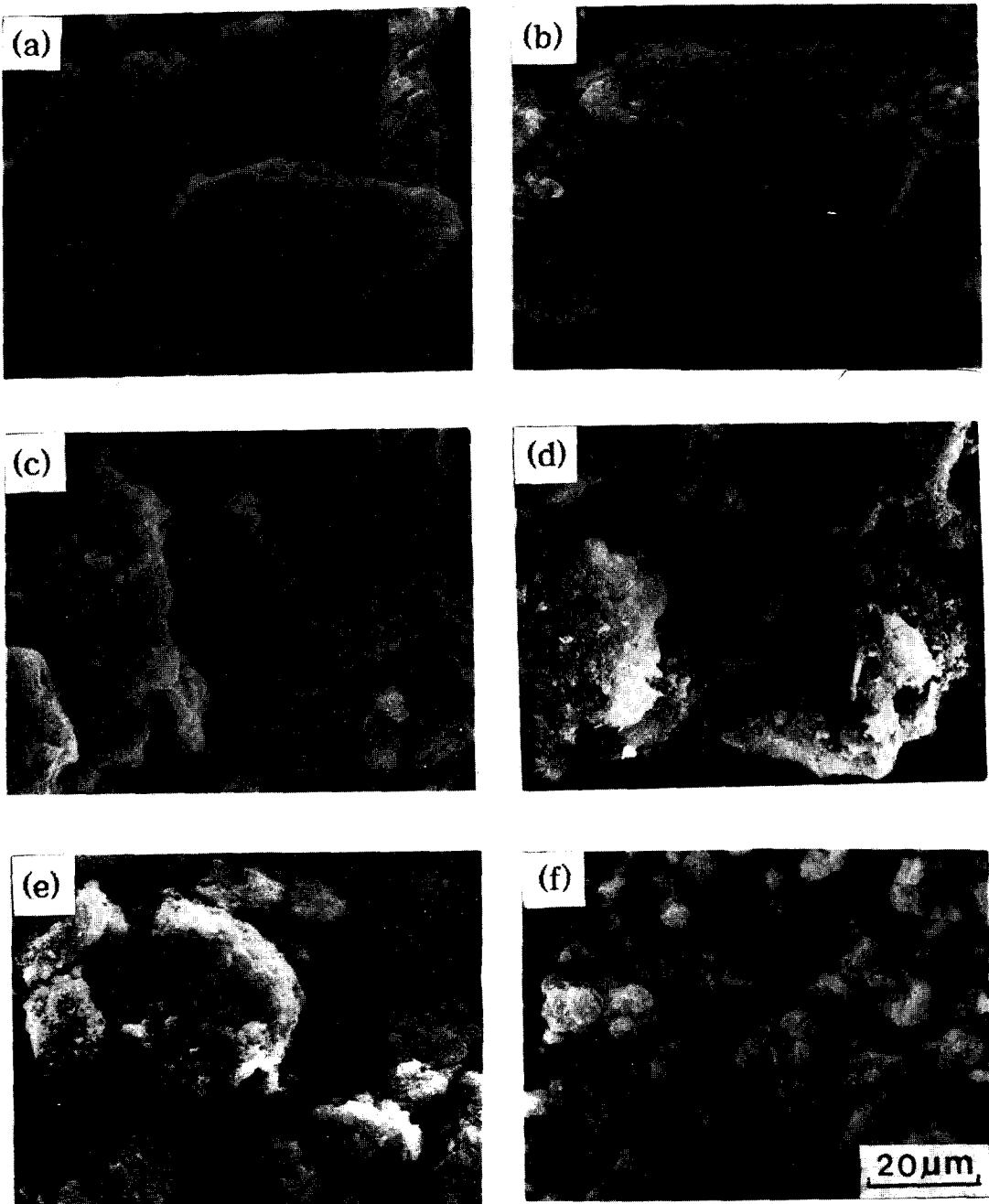


Fig. 1. SEM photographs of AC4A/SiC_p powders with mechanical alloying for various time.

(a) 30min (b) 60min (c) 120min

(d) 180min (e) 300min (f) 420min

Fig. 2는 기계적 합금화에 따른 경도값의 변화를 나타낸 것이다. 합금화 시간이 증가함에 따라 경도값이 상승함을 볼 수 있었다. 30

분, 60분 경과후 분말 입자들의 경도값 증가는 초기 압착 단계로서 볼과 볼 사이의 충돌과 압착에 의해 소성 변형을 받아 가공 경화

에 의한 것이라 사료되며, 120분 경과 후 경도값의 감소는 연신된 환상의 입자가 불완전한 냉간 압착으로 인하여 층사이에 미세한 공

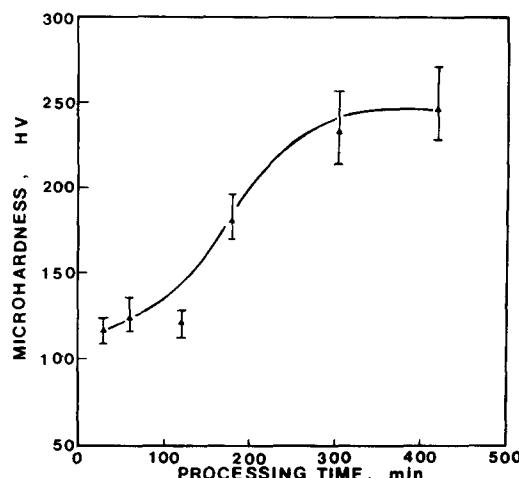


Fig. 2. Variation of micro Vickers hardness of AC4A/SiC_P powders with mechanical alloying for various time.

간이 존재함으로서 암착 지배 단계로⁹⁾ 볼수 있다. 180분, 300분에서는 경도값이 거의 직선적으로 증가하는 것을 볼 수 있는데, 이것은 입자가 계속되는 가공 경화로 인하여 변형에너지가 축적되어 결정립의 미세화와 전위 밀도의 증가에 의한 것이라 사료된다¹¹⁾. 420분이 경과한 후 거의 포화된 경도값을 나타내는데, 이때 분말의 입자는 앞서 Fig. 1에서 관찰되었듯이 입자가 거의 구형이면서 입경이 균일한 것으로 보아 정상상태(steady state)에 도달한 것으로 생각된다. 이러한 각각의 합금화 단계는 여러 연구자들^{12, 13)}에 의해 논의된 결과와 유사한 경향을 나타낸다. 경도값이 더 이상 증가하지 않은 것은 기계적 합금화과정에서 강구의 충돌에너지를 흡수함으로서 심한 내부 변형에너지를 갖게 되어 이 값이 어떤 임계값에 이르게 되면 내부의 국부적인 마찰열 등으로 인해 변형을 견디지 못하고 가공경화를 해소하기 위하여 동적회복이 일어나는 것이라 사료된다¹¹⁾.

한편, 고에너지 볼밀의 회전속도는 일정하므로 기계적 합금화시 강구의 충돌에 의해 투입되는 에너지의 양이 일정하다면 시간이 경과 할수록 변형에너지가 계속 축적되므로 이

를 해소하기 위하여 파괴가 일어나는데 결국 정상상태에 도달한 분말은 초기에 장입한 분말들의 입도와 관계없이 일정한 크기를 갖게 되며, 또한 첨가되어진 세라믹 입자의 부피분율과 입자의 크기가 경도 및 인장 강도 값에 영향을 미치리라 생각된다¹⁴⁾.

3.2 MA시간에 따른 분말의 조직 및 X-선 회절 분석

Fig. 3은 합금화 시간에 따른 각각의 분말 조직을 SEM으로 관찰한 것으로 합금화 시간이 증가 할수록 분말 입자는 미세화 되어지고 기지내에 SiC_P 입자가 분산되어져 있음을 알 수 있다. (a), (b)는 초기 암착 단계의 분말조직으로 연성을 가진 Al-Si계 입자들은 소성 변형된 환상으로 나타나지만 SiC_P 입자들은 밀링의 시작과 함께 연신되지 않고 파괴되어 미세한 입자형태로 연신된 분말 내에 분산되어져 있다. 120분, 180분이 경과한 (c), (d)에 있어서는 연신된 환상의 Al-Si계 합금 분말 입자 사이에 SiC_P 입자가 암착되어진 다층 조직을 가진 복합 입자를 형성하고 있는 것을 볼 수 있으며, 300분, 420분이 경과한 (e), (f)의 조직에서도 더욱 미세해진 구형의 분말 입자 내부에 미세한 SiC_P 입자가 분산되어 있음을 확인 할 수 있었다.

Fig. 4는 기계적 합금화 시간의 경과에 따른 합금화와 SiC_P 입자의 분산과정을 관찰하기 위해 X-회절 분석한 결과를 나타낸다. 합금화 시간이 경과함에 따라 회절선의 피크 강도가 감소하는 경향을 나타내고 있으며 회절선 폭은 증가하고 있다. 420분이 경과된 회절 피크는 상당히 감소하고 있는데, 이것은 SiC_P 입자가 AC4A 기지내에 미세, 균일하게 분산되어 있기 때문이며, 또한 회절선 폭이 넓어짐을 볼 수 있는데 이는 결정립이 미세해짐에 따라 입자내부에 불균일 변형(heterogeneous strain)에 의해서 나타난다고 보고하고 있다^{15, 16)}.

Fig. 5는 분말의 열적 안정성을 조사하기 위해 각 온도에서의 경도 변화를 나타낸 것으로 420분이 경과된 미세한 분말 입자를 각각의 온도에서 진공 상태로 1시간 유지한 후 상온까지 노냉 시켜 각 분말의 경도를 측정하였다. 온도가 증가함에 따라 경도가 감소하는 경향을 나타내는데, 이것은 가공 경화된 분말이 연화되어 경도가 감소되는 것이라 사료되

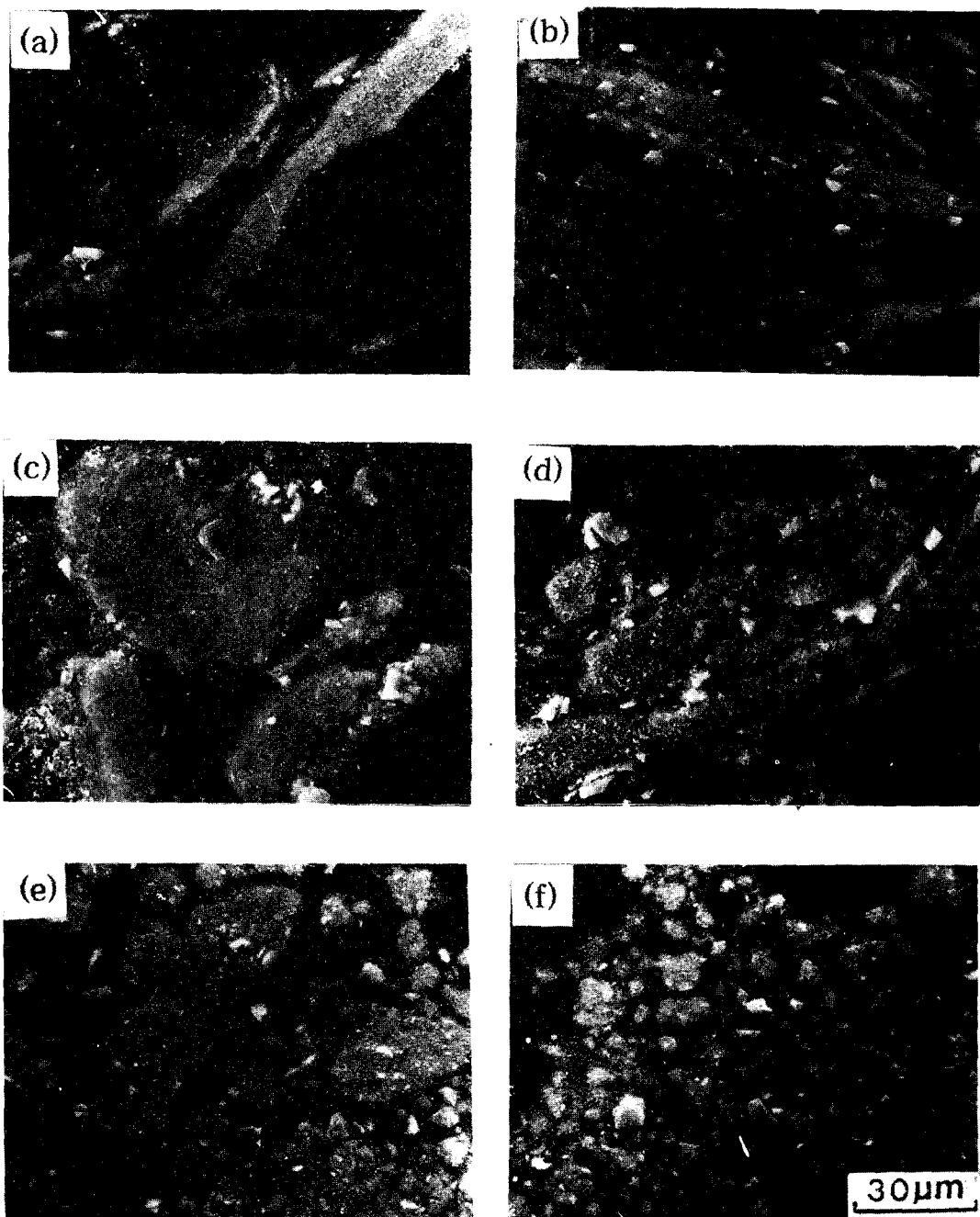


Fig. 3. SEM of sectional microstructure of AC4A/SiC_p powders with mechanical alloying for various time.

(a) 30min (b) 60min (c) 120min
 (d) 180min (e) 300min (f) 420min

며, 500°C에서의 경도증가는 금속간 화합물의 생성에 의한 것이라 추정되지만¹⁷⁾ 이를 규명할 수 있는 시험결과 및 상세한 고찰이 뒷받침되어야 할 것으로 생각된다.

Fig. 6에서는 초기 30분과 420분 MA한 분말의 EDAX 결과로서 기계적 성질에 악영향을 주는 Fe가 시간이 경과함에 따라 그 양이 증가했음을 관찰할 수 있는데, 이 Fe은 MA

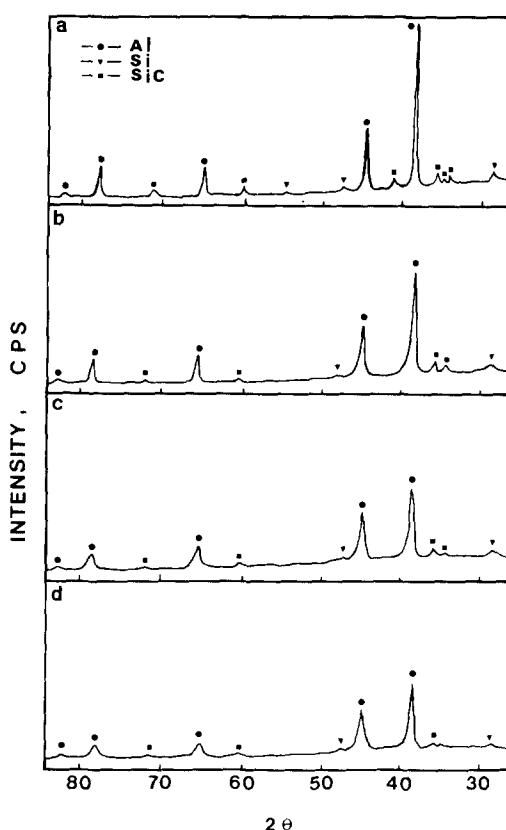


Fig. 4. X-ray diffraction patterns obtained from mechanical alloyed AC4A/SiC_P powders with processing time. (a) just blended (d) 30min
(c) 180min (d) 420min

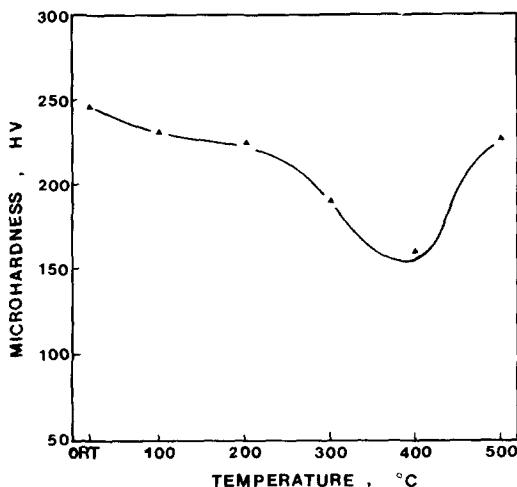


Fig. 5. Variation of micro Vickers hardness of AC4A/SiC_P powders with isochronal annealing for 1 hr at various temperature.

중에 강구, 임펠러 및 용기벽의 마모에 의해 혼입한 것으로 생각된다.

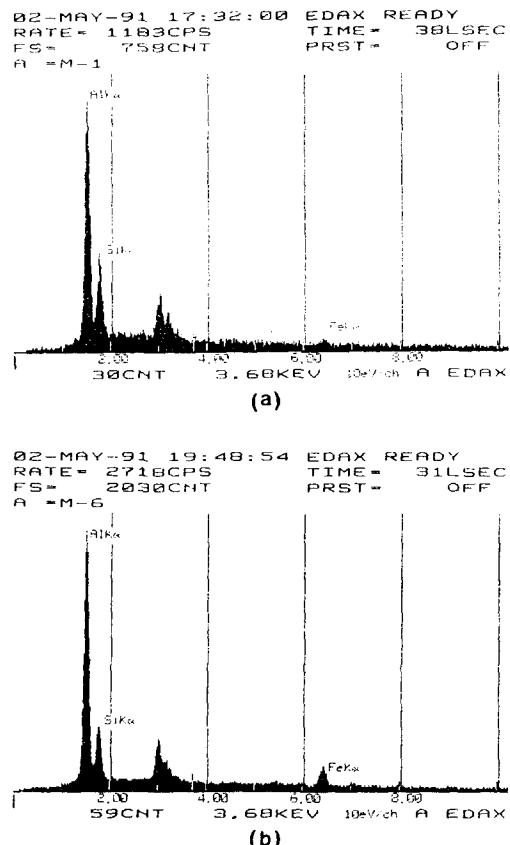


Fig. 6. EDAX spectra of AC4A/SiC_P powders with mechanical alloying for various times.

(a) 30min (b) 420min

3.3. 압출재 시효 경도 및 조직변화

Fig. 7는 압출재를 각각의 온도에서 1hr 유지후 급냉시킨 시편의 경도 변화를 나타낸 것으로 온도의 증가에 따라 가공 경화된 압출재가 연화되어 경도가 감소하다가 500°C에서의 경도 상승은 용체화 처리 직후 상태와 비슷하기 때문에 나타나는 현상으로 생각된다.

Fig. 8은 이론 밀도에 가까운 압출재를 525°C에서 1시간 용체화 처리한 후 170°C에서 2400분간 시효에 따른 경도 변화를 나타낸 것이다. 525°C에서 용체화 처리한 직후 압출재의 경도는 앞서 관찰되어진 500°C에서의 경도값에 준하는 경도값을 가지고 있으며 170°C에서 시효 시간이 경과함에 따라 경도는 서

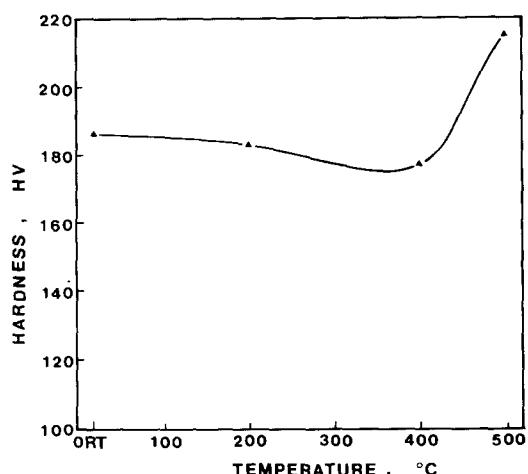


Fig. 7. Variation of hardness of AC4A/SiC_P P/M materials with salt treatment for 1 hr at various temperatures.

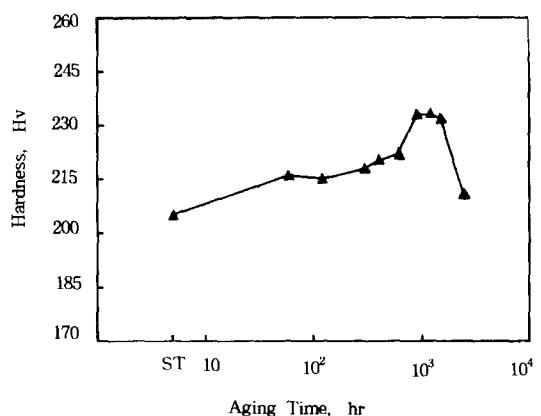


Fig. 8. Age hardening curve of mechanically alloyed AC4A/SiC_P P/M materials at 170°C after solution treated at 525°C for 1hr.

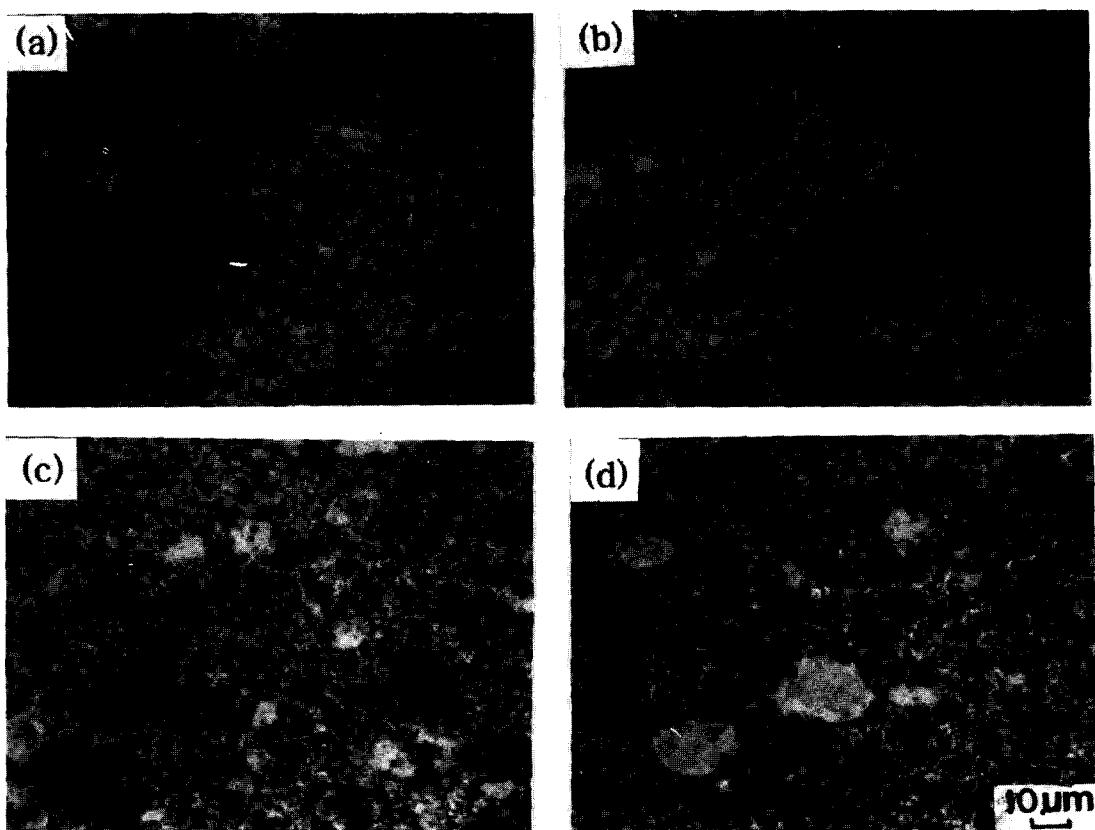


Fig. 9. Microstructure of AC4A/SiC_P P/M materials with T6 treatment.

(a) as-extruded (d) at solution treated (c) at aging time 15 hrs (d) at aging time 40 hr

서히 증가하다가 약 1000분에서 최고의 경도값을 나타내고 어느 정도 시간이 더 경과하여도 일정한 경도값을 유지하지만, 2400분이 경과 후에는 과시효 연화되어 경도값이 감소하는 경향을 나타낸다.

Fig. 9는 압출재 및 시효 처리된 시편의 조직 변화를 나타낸 것으로 (a)는 압출재의 조직으로서 고온 특성을 감소시키는 분말 입자 경계¹⁸⁾는 관찰할 수 없었으며, SiC_P 입자가 기지내에 미세하고 균일하게 분산되어져 있다. 압출된 상태의 P/M재에서는 흰 부분(α -Al기지)이 거의 나타나지 않지만, 170°C에서 2400분 시효시킨 후의 조직인 (d)에서는 흰 부분(α -Al기지)이 성장하여 조대화되어 있음을 알 수 있다. 이는 주조재(Rheo-compocasting 재)에서 관찰된 것과 마찬가지로 용융 온도가 낮고 확산 계수가 높은 알루미늄의 확산에 의해 알루미늄이 이동하여 응집된 것이라 사료된다¹⁹⁾.

3.4 압출재의 인장 시험 및 파단면 관찰

Fig. 10는 300 및 500°C에서 열처리한 시편에 대해서 실온 인장 시험한 결과로서 온도가 증가 할수록 인장값이 전반적으로 감소하는 경향을 나타내고 있다. 압출재의 인장값은 주조재의 인장값(AC4A : F재 180Kgf/mm²)과 비교하여 약 2배 정도 높은 인장값을 나타내고 있음을 알 수 있다.

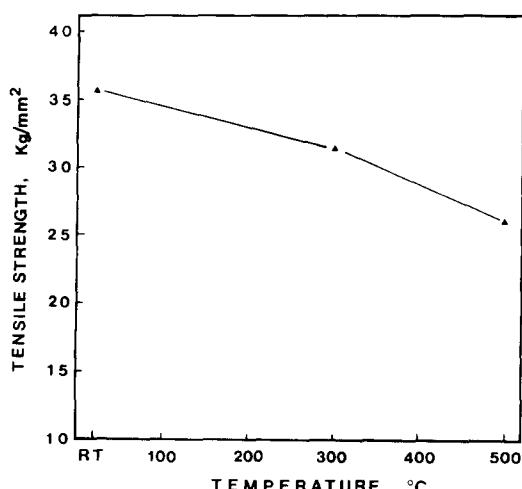


Fig. 10. Tensile strength of AC4A/SiC_P P/M materials with salt treatment at various temperature for 1 hr. (a) room temp. (b) 300°C (c) 500°C

Fig. 11은 인장 파단면을 나타낸 것으로 대부분의 시편은 인장 방향에 수직인 방향으로 파단되어 취성 파괴를 나타내고 있으며, 파단

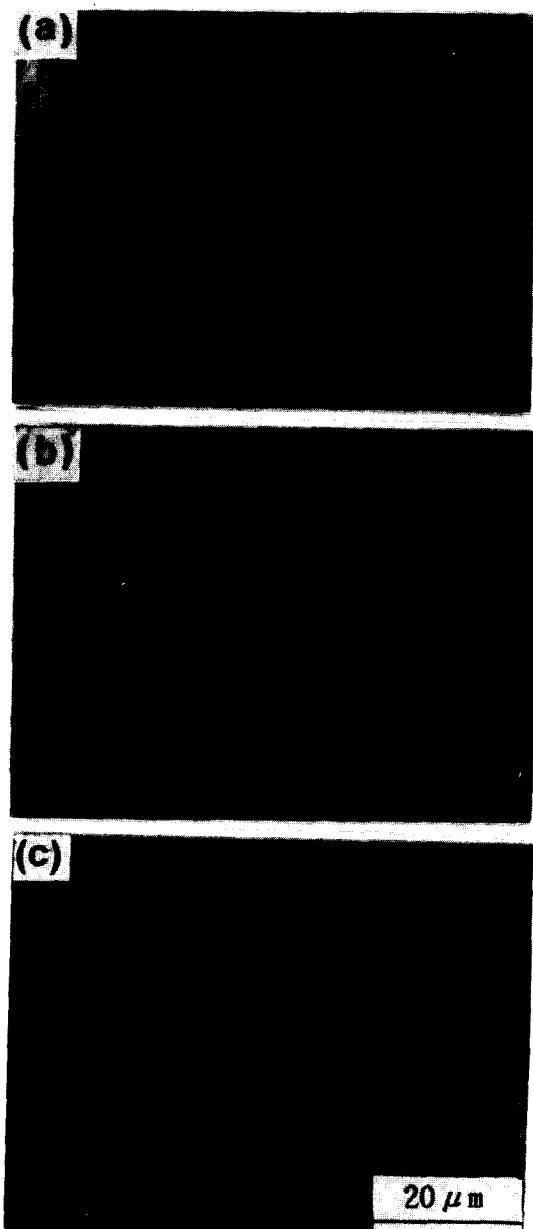


Fig. 11. SEM fractographs of AC4A/SiC_P composites alloys after tensile tested at room temperature.
(a) as-extruded (b) heat treated 300°C
(c) heat treated 500°C

면에서 SiC_P가 떨어져나간 흔적을 관찰할 수 있었다. 이것은 첨가된 SiC_P 입자가 Al합금과

의 계면에서 void없이 완전히 결합하지 않고 계면에 void가 존재하기 때문에 나타난 결과로 생각되며, 또한 온도가 증가 할수록 cavity가 크게 되는 것을 볼 수 있다. Fig. 12는 500°C

에서 처리된 시편의 파단면을 고배율로 관찰한 것으로 저배율에서 볼 수 없었던 dimple이 연한 알루미늄으로 인하여 미세하게 관찰되었다.

4. 결 론

기계적 합금화를 이용한 AC4A/SiC_P 복합재료 분말의 형성 과정 및 압출재의 기계적 성질을 고찰한 결과는 다음과 같다.

1. AC4A-10wt.% SiC_P 분말을 150rpm에서 420분간 기계적 합금화 시켰을 때, 10~20μm 정도의 미세하고 균일한 구형의 복합 분말을 얻었으며, 약 Hv 230의 포화된 경도값을 나타내는 정상 상태에 도달 하였다.
2. X-선 회절의 강도와 폭은 기계적 합금화 과정중 결정립 미세화와 불균일 스트레인에 의해 강도가 떨어지고, 회절폭은 넓어진다.
3. 525°C에서 10시간 용체화 처리한 압출재를 170°C에서 1000분 시효시 최고 Hv 230 경도값을 얻었다.
4. 상온 인장에서 압출재는 일반 주조재에 비해 2배 높은 37Kgf/mm²의 인장값을 나타냈으며, 500°C 열처리의 경우에도 우수한 인장값을 나타내었다.

인용 문 헌

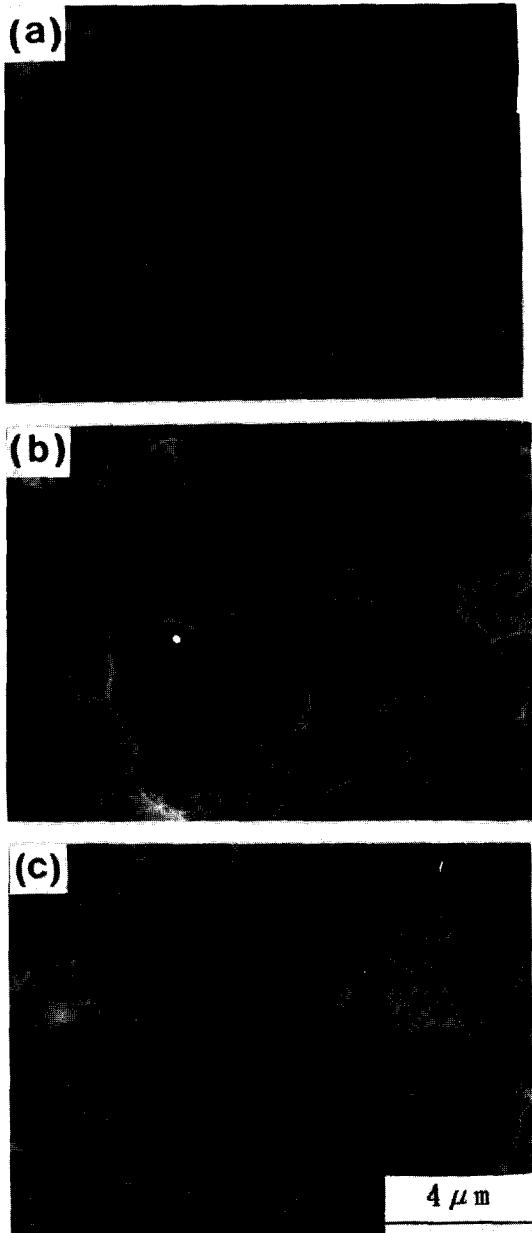


Fig. 12. SEM fractographs of AC4A/SiC_P composites alloys after tensile tested at room temperature.

(a) as-extruded (b) heat treated 300°C
(c) heat treated 500°C

1. 武田 義信, 小谷 雄介, 林哲也 : 日本金屬學會會報, 10, 789 (1988).
2. Donald L. Erich : Journal of Powder Metallurgy, 1, 45 (1987).
3. 北岡 山治, 藤倉 湖三, 神尾 障彥 : 輕金屬, 7, 426 (1988).
4. 武田 義信 : 輕金屬, 10, 639 (1987).
5. J. S. Benjamin : Metall. Trans., 1A, 2943 (1970).
6. J. S. Benjamin and M. J. Bomford : Metall. Trans., 8A, 130 (1977).
7. J. S. Benjamin and T. E. Volin : Metall. Trans., 5A 1929 (1974).
8. 牛入 進, 三本君二, 副田知美 : 鐵と鋼, 9, 8135 (1989).
9. A. Arias : NASA TMM-3331, 1 (1976).
10. By ASM Committie on Milling, ASM Metals Handbook, Vol. 7, Powder Metallurgy, 56 (1984).

11. P. S. Gilman and W. D. Nix : Metall. Trans., 12A, 5, 813 (1981).
12. 鰐川周治, 無田 徹 : 粉體 および 粉末冶金, 4, 223 (1988).
13. 申熙澤, 菅又信, 金子純一 : 輕金屬, 7, 520 (1990).
14. J. J. Stephens, J. P. Lucas and F. M. HosKing : Script. Metall., 22, 1307 (1988).
15. S. K. Kang and R. C. Ben : Metall. Trans., 18A, 747 (1987)
16. B. D. Cullity : "Elements of X-Ray Diffraction", Addison-Wesley Pub.Co., Inc., Massachusetts, 281 (1978).
17. 平野忠男, 藤達生 : 輕金屬, 10, 620 (1987).
18. Young-Woo Kim, W. M. Griffith and F. H. Froes : J. of Metals, 8, 27 (1985).
19. D. L. Yaney, W. D. Nix : Metal. Trans., 18A, 893 (1987).